

L6 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN
 AN 2001-542655 [61] WPIDS
 TI Production of a monolithic piezo-ceramic multilayered actuator used, e.g.,
 in hydraulic and pneumatic valves has a stacking arrangement encased by a
 green ceramic foil which is sintered to form a polycrystalline ceramic
 structure.
 DC L02 L03 V06 X25
 IN RICHTER, S
 PA (PICE-N) PI CERAMIC GMBH
 CYC 1
 PI DE 10021919 A1 20010823 (200161)* 7p H01L041-24 <--
 DE 10021919 C2 20020307 (200219) H01L041-24 <--
 ADT DE 10021919 A1 DE 2000-10021919 20000505; DE 10021919 C2 DE 2000-10021919
 20000505
 PRAI DE 2000-10004808 20000204
 IC ICM H01L041-24
 ICS C04B035-00; H02N002-04
 AB DE 10021919 A UPAB: 20011024

NOVELTY - Production of a monolithic piezo-ceramic multilayered actuator
 comprises: initially preparing oxidic raw materials in a powder
 preparation process; plasticizing the conditioned powder; and molding to
 form a multilayered stacking arrangement comprising an electrode. The
 stacking arrangement is encased by a green ceramic foil which is sintered
 to form a polycrystalline ceramic structure.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for the
 monolithic piezo-ceramic multilayered actuator produced having
 opposite-lying electrodes in contact with electrode surfaces embedded in
 the stacking arrangement, the outer electrode-free surfaces of the
 actuators being encased with a ceramic coating.

Preferred Features: The ceramic foil has a thickness of 20-100
 microns, preferably 40-50 microns.

USE - Used in hydraulic and pneumatic valves and also in positioning
 systems and micro-manipulators.

ADVANTAGE - The actuator has long term stability.

Dwg.0/3

19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**
10 **DE 100 21 919 A 1**

51 Int. Cl.⁷:
H 01 L 41/24
H 02 N 2/04
C 04 B 35/00

21 Aktenzeichen: 100 21 919.5
22 Anmeldetag: 5. 5. 2000
43 Offenlegungstag: 23. 8. 2001

DE 100 21 919 A 1

66 Innere Priorität:
100 04 808. 0 04. 02. 2000
71 Anmelder:
PI Ceramic GmbH, 07589 Lederhose, DE
74 Vertreter:
Meissner, Bolte & Partner, 80538 München

72 Erfinder:
Richter, Stefan, Dipl.-Phys., 07646 Stadtroda, DE
56 Entgegenhaltungen:
DE 196 15 695 C1
JP 04-239783 A (Abstract);
JP 0294680 A (Abstract);

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- 54 Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren sowie monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktor
- 57 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren sowie einen solchen Aktor, wobei die Vielschicht-Stapelanordnung von einer grünen Keramikfolie umhüllt wird und im Anschluß an den Umhüllungsschritt ein an sich bekanntes Trennen und Sintern zur Bildung des polykristallinen keramischen Gefüges erfolgt.

DE 100 21 919 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren gemäß Oberbegriff des Patentanspruchs 1 sowie einen monolithischen piezokeramischen Vielschichtaktor mit gegenüberliegenden Außenelektroden gemäß Oberbegriff des Patentanspruchs 6.

Piezokeramiken dienen der Umwandlung von mechanischen Größen wie Kraft oder Deformation in elektrische Größen oder umgekehrt von elektrischen Größen in Kraft und/oder Weg oder bei zeitveränderlichen elektrischen Größen in Bewegungen.

Die Funktion piezokeramischer Aktoren beruht auf der Tatsache, daß Deformationen im Mikrometerbereich erzeugt werden können, wobei dieses Verhalten entsprechende Anwendungsmöglichkeiten derartiger Wandler als Antriebe für z. B. hydraulische und pneumatische Ventile, aber auch Positioniersysteme und Mikromanipulatoren eröffnet.

Unter Piezoelektrizität wird die Eigenschaft von Kristallen verstanden, bei mechanischer Deformation infolge von Druck oder Zug elektrische Ladungen freizusetzen.

Bei der Umkehrung dieses Vorgangs wird durch elektrische Felder eine mechanische Deformation erzeugt, d. h. ein inverser Piezoeffekt tritt auf. Keramiken, die einen Piezoeffekt zeigen, gehören zur Gruppe der Ferroelektrika, wobei konkret beim Stand der Technik Bleizirkonat-Titan-Basisssysteme verwendet werden, d. h. Mischkristalle aus Bleizirkonat und Bleititanat Anwendung finden.

Piezokeramische Bauelemente sind demnach polykristalline Gebilde, die aus einer Vielzahl von Kristalliten aufgebaut sind, die wiederum aus einer Vielzahl von Elementarzellen bestehen.

Unmittelbar nach dem Sinterprozeß keramischer Körper zeigen die Domänen, d. h. Bereiche mit Kristalliten einheitlicher Dipolrichtung eine willkürliche Orientierung mit statistischer Verteilung, so daß der so gegebene Körper isotrop ist und in diesem Zustand kein piezoelektrischer Effekt auftritt.

Um die piezoelektrischen Eigenschaften hervorzurufen, muß eine Polarisierung durchgeführt werden. Hierfür wird auf den Einfluß eines elektrischen Gleichfelds zurückgegriffen, indem die elektrischen Dipole in Feldrichtung ausgerichtet werden. Diese Orientierung bleibt auch nach dem Abschalten des elektrischen Gleichfelds zum großen Teil erhalten, d. h. es tritt remanente Polarisierung ein.

Eine Depolarisation kann aufgrund thermischer Einflüsse eintreten. Aus diesem Grund soll die Betriebstemperatur bei Anwendungsfällen die Hälfte der angegebenen Curietemperatur nicht überschreiten. Auch ist eine Depolarisation möglich, wenn eine elektrische Ansteuerung gegen die ursprüngliche Polarisationsrichtung vorgenommen wird. Eine mechanische Polarisierung tritt dann ein, wenn eine hohe Druckbelastung, insbesondere bei kurzgeschlossenen Elektroden gegeben ist.

Monolithische piezokeramische Vielschichtaktoren finden Anwendung z. B. bei der Justierung von Lichtleitfasern, aber auch für Präzisionsverstellvorrichtungen. Bei solchen Aktoren wird von einer Stapelanordnung ausgegangen, die Keramik und parallel verlaufende Elektrodenschichten umfaßt.

Es hat sich gezeigt, daß dann, wenn die Elektrodenschichten bis zum Rand der später geschnittenen Keramik, d. h. zum stabförmigen Aktor reichen, die Gefahr besteht, daß im Laufe der Einsatzzeit Wasserdampfmoleküle eindiffundieren oder eindringen, so daß die Funktion des Aktors nachteilig beeinflusst wird. Insbesondere sinkt der ohmsche Wider-

stand und es verschlechtert sich damit das elektrische, aber auch das elastische Verhalten des Aktors bis hin zum Totalausfall.

Bisher im Stand der Technik aufgebrachte Schutzbeschichtungen zum Abdecken der Aktor-Seitenflächen, z. B. in Form von Harz oder dergleichen Materialien, erwiesen sich nicht ausreichend langzeitstabil und brachten nicht die gewünschten Effekte, insbesondere bezüglich der Wasserdampfdurchlässigkeit.

Eine Methodik, den Randbereich zu schützen, besteht darin, die Elektroden nicht bis zu den Seitenflächen zu führen, sondern in einem gewissen Abstand vom Rand enden zu lassen. Bei einem solchen Verfahren kann jedoch die im Randbereich verbliebene Keramik den Deformationen des aktiven Teiles des Aktors im Betriebsfall nicht oder nur unzureichend folgen, woraus Mikrorisse resultieren, die wiederum Kapillare für das Eindringen von Feuchtigkeit oder sonstigen Verunreinigungen bilden, was ebenfalls nachteilig ist.

Bei der bekannten Verfahrensweise, einen nicht metallisierten Randbereich am Aktor dadurch zu erzeugen, daß die Elektroden auf der Grünfolie mit Isolationsbereichen gedruckt und diese Lagen genau übereinander gestapelt werden, besteht der Nachteil, daß ein unregelmäßiger, von der Druck- und Stapelgenauigkeit abhängiger Randbereich entsteht, der neben der möglichen Rißbildung eine erhebliche Breite der Randzone aufweist, die sich einer Streufeldpolarisation widersetzt und somit mechanischen Zugspannungen ausgesetzt ist.

Insgesamt muß festgestellt werden, daß bei Vielschichtaktoren keine zufriedenstellende, langzeitstabile Schutzschicht gefunden wurde, so daß herstellerseitig im Regelfall darauf aufmerksam gemacht wird, daß Luftfeuchtigkeiten über 70% rH und der Einfluß von Feuchtigkeit generell zu vermeiden sind.

Aus dem Vorstehenden ist es daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren sowie derartige Aktoren anzugeben, welche über einer basismaterialverträgliche Schutzschicht verfügen und die aufgrund der zu schaffenden Schutzschicht auch für den Einsatz in feuchter Umgebung bzw. in Räumen hoher Luftfeuchtigkeit geeignet sind.

Die Lösung der Aufgabe der Erfindung erfolgt mit einem Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren gemäß den Merkmalen des Patentanspruchs 1 sowie mit einem piezokeramischen Vielschichtaktor nach der Lehre des Patentanspruchs 6, wobei die Unteransprüche mindestens zweckmäßige Ausgestaltungen und Weiterbildungen umfassen.

Der Grundgedanke der Erfindung besteht demnach darin, eine noch nicht endgültig separierte, aber ansonsten bereits als Blockanordnung vorliegende keramische Platte vollständig mit sogenannter grüner Keramikfolie mittels Pressens zu umwickeln. Das so umwickelte Produkt wird dann in keramiktechnologietypischer Weise weiterbehandelt und letztendlich gesintert.

Es verbleibt demnach eine sehr dünne keramische Schicht insbesondere in den Randbereichen, die ein Eindringen von Molekülen oder Verunreinigungen aufgrund der außerordentlich geringen Porosität nach dem Sinterschritt sicher verhindert.

Die dünne Schicht liegt im wesentlichen im Bereich von 20 µm bis 100 µm, bevorzugt im Bereich von 40 µm bis 50 µm.

Die aufgebrachte dünne Schicht läßt sich ebenso polarisieren wie die übrige Keramik, d. h. das Keramik-Basismaterial und die Schicht folgen im späteren Betrieb den Schwingungsbewegungen des Aktors, d. h. es kommt nicht

zu unerwünschten Mikrorissen.

Das Umhüllen, Vereinzeln und Sintern erfolgt in einer technologisch angepaßten zweckmäßigen Folge, die sich in die vorhandene Keramikttechnologie einfügt und keine Fremdmaterialien erfordert, die zu einer Kontamination führen können.

Bei dem Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren werden zunächst oxidische Rohstoffe in einem Pulverpräparationsprozeß aufbereitet, das konditionierte Pulver plastifiziert und mindestens einem Formgebungsschritt zur Bildung einer Elektroden umfassenden Vielschicht-Stapelanordnung unterworfen. Wie bereits oben kurz umrissen, wird die vorgefertigte Vielschicht-Stapelanordnung von einer grünen Keramikfolie umhüllt, wobei im Anschluß an den Umhüllungsschritt ein an sich bekanntes Sintern zur Bildung des polykristallinen keramischen Gefüges erfolgt.

Für das Umhüllen wird die grüne Keramikfolie auf ein flexibles Hilfsträgermaterial, z. B. Kunststoff-Folie verbracht, anschließend werden die vorgefertigten Stapelanordnungen auf die Keramikfolie gelegt. Danach wird eine weitere Keramikfolie, die Stapelanordnung abdeckend, aufgelegt sowie ein Umschlagen der flächenmäßig überstehenden Hilfsfolie sowie ein Verbinden dieser an den offenen Rändern, z. B. durch Verschweißen unter Vakuum vorgenommen.

Das so erhaltene Paket wird einer isostatischen Druckbehandlung zum Anpressen der Keramikfolie an die Stapelanordnung ausgesetzt. Die isostatische Druckbehandlung kann eine Behandlung in einem Wasserbad sein. Das Anpressen erfolgt geometrieunabhängig durch die sich an die Form der Stapel oder Platten anpassende Hilfsträgerfolie in Verbindung mit der hochflexiblen, dünnen keramischen grünen Folie.

Die so umhüllten Platten oder Stapel können dann nach Auftrennen der Hilfsfolie entnommen und einer weiteren Verarbeitung, insbesondere dem Trennen sowie Sintern mit nachfolgendem mechanischen Hartbearbeiten, Metallisieren und dem Polarisieren zugeführt werden.

Das fertige Bauelement mit entsprechender Außenkontaktierung ist dann sehr universell einsetzbar, d. h. es kann sowohl im Hochvakuum, bei Hoch- als auch bei Tieftemperaturen Anwendung finden. Da die Umhüllung selbst aus Keramik besteht, treten keine Dämpfe aus, wie dies z. B. bei Harzumhüllungen oder sonstigen Beschichtungen, z. B. aus Silikon der Fall ist.

Die keramische Umhüllung, die sich beim Sintern einstellt, ist äußerst dauerhaft und wasserdampfundurchlässig.

Erfolgreiche Tests wurden bis zu einer Luftfeuchtigkeit von 95% rH durchgeführt. Die dünne Schicht wird beim Sintern nahezu durchsichtig und ist optisch nicht auffallend. Bezüglich der minimalen Schichtdicke gilt es zu berücksichtigen, daß die Keramik eine gewisse Restporosität besitzt und daß beim Sintern ein Schrumpfprozeß um etwa 15% bis 20% eintritt.

Nach der elektrischen Außenkontaktierung wird zum Erzeugen einer remanenten Polarisierung ein elektrisches Gleichfeld angelegt, um hierdurch sowohl die Basiskeramik als auch die Umhüllungsschicht zu polen.

Der erfindungsgemäße monolithische piezokeramische Vielschichtaktor weist Außenelektroden auf, welche jeweils in elektrischem Kontakt zu in der Stapelanordnung des Aktors eingebetteten inneren Elektrodenflächen stehen. Diese Elektrodenflächen verlaufen im wesentlichen parallel nach Art einer Kammstruktur.

Mindestens die außenelektrodenfreien Flächen des Aktors sind mit einer keramischen Beschichtung umhüllt, welche aus einer im wesentlichen gleichen Werkstoffzusam-

mensetzung wie das Keramik-Basismaterial besteht.

In einer speziellen Ausgestaltung der Erfindung sind die inneren Elektrodenflächen bis zur keramischen Beschichtung sich erstreckend ausgeführt.

Die Erfindung soll nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels unter Zuhilfenahme eines Flußdiagramms sowie durch eine Figur näher erläutert werden.

Bei dem Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren wird zunächst ein Aufbereiten oxidischer Rohstoffe vorgenommen und ein Formgebungsschritt realisiert.

Im einzelnen wird nach dem Bereitstellen des Keramikwerkstoffs eine Schlickeraufbereitung und ein Foliengießschritt realisiert. Die Folien werden im Siebdruck zum Erhalt der später eingebetteten inneren Elektroden versehen. Die siebgedruckten Folien werden dann zu Platten beispielsweise in den Abmessungen von ca. 122 mm × 122 mm × 3 mm gestapelt.

Nach einem Vereinzeln der Platten zu Streifen, wobei die Streifen Abmessungen von im wesentlichen 112 mm × 6 mm × 3 mm aufweisen, werden die einzelnen Streifen zu sogenannten Riegeln gestapelt, wobei an der oberen und unteren Seite je ein unmetallisierter Deckstreifen zu liegen kommt. Nach dem Stapeln der Streifen liegt ein Riegelblock mit den Abmessungen von im wesentlichen 112 mm × 6 mm × 22 mm vor.

In einem nächsten Schritt wird ein Verpressen der Riegel zu kompakten Körpern, bevorzugt durch Pressen vorgenommen, wobei sich an diesen Verpreßschritt das Aufpressen der Umhüllungsschicht anschließt.

Die Riegel werden dann zu sogenannten Stacks, z. B. durch Cuttern, vereinzelt. Die Stacks weisen Abmessungen von 6 mm × 6 mm × 22 mm bei einem bevorzugten Beispiel auf.

Die Stacks werden in einem nächsten Schritt einer thermischen Behandlung zum Austreiben oder Ausheizen organischer Inhaltsstoffe unterworfen, wobei dieser Prozeßschritt bei Temperaturen von mehreren 100°C geführt wird. Nach dem Austreiben unerwünschter organischer Inhaltsstoffe erfolgt das gemeinsame Sintern bei Temperaturen im Bereich $\leq 1200^{\circ}\text{C}$.

Die Maximaltemperatur beim Sintern hängt im wesentlichen von der Temperaturbeständigkeit der im Siebdruck aufgetragenen Masse für die inneren Elektrodenflächen ab.

Nach dem Sintern erfolgt in an sich bekannter Weise eine Kontaktierung, die Polarisierung unter Einfluß eines elektrischen Gleichfelds zum Ausrichten der elektrischen Dipole in Feldrichtung sowie ein z. B. 24-Stunden Qualitätstest, der auch die Messung des Leckstroms, der Kapazität, die Bestimmung des Verlustfaktors sowie der Dehnung umfaßt.

Die Figur gemäß Ausführungsbeispiel zeigt eine Draufsicht eines monolithischen piezokeramischen Vielschichtaktors sowie Schnitte längs der Linie A-A und B-B.

Der Vielschichtaktor gemäß Figur besteht aus einer gestapelten Keramikanordnung 1 mit kammartig verzahnten inneren Elektroden 2.

Die versetzt ineinander greifenden Elektroden 2 verlaufen im wesentlichen parallel und sind an jeweils einer Seite in elektrischem Kontakt zu einer flächigen Außenelektrode 3 stehend. An den Außenelektroden 3 ist jeweils ein Anschlußleiter 4 befestigbar bzw. vorgesehen.

Wie aus dem Schnitt B-B zu erkennen, sind die inneren Elektroden 2 bis zum Randbereich der gestapelten Anordnung 1 geführt, so daß eine entsprechende remanente Polarisierung über den gesamten Aktorquerschnitt insbesondere durch das elektrische Streufeld auch im elektrodenfreien Randbereich erfolgt und eine über den Aktorquerschnitt gleichmäßige Deformation gesichert ist.

Die als grüne Folie durch isostatisches Pressen aufgebraachte umhüllende Beschichtung 5 schließt die außenelektrodenfreien Flächen des Aktors respektive der gestapelten Keramikanordnung 1 ab, wobei die geringe, nach dem Sintern relevante Schichtdicke einerseits ein unerwünschtes Eindringen von Wasserdampf oder dergleichen Molekülen verhindert, andererseits aber auch die Deformation des Aktors selbst nicht nachteilig beeinträchtigt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktoren, wobei zunächst oxidische Rohstoffe in einem Pulverpräparationsprozeß aufbereitet, das konditionierte Pulver plastifiziert und mindestens einem Formgebungsschritt zur Bildung einer Elektroden umfassenden Vielschicht-Stapelanordnung unterworfen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Vielschicht-Stapelanordnung von einer grünen Keramikfolie umhüllt wird, wobei im Anschluß an den Umhüllungsschritt ein an sich bekanntes Vereinzeln und Sintern, letzteres zur Bildung des polykristallinen keramischen Gefüges erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Formgebung und/oder Umhüllung mittels Pressen ausgeführt wird, wobei die Keramikfolie eine Schichtdicke im Bereich von im wesentlichen 20 µm bis 100 µm, bevorzugt 40 µm bis 50 µm aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß zum Umhüllen die Keramikfolie auf ein flexibles Hilfsträgermaterial verbracht, anschließend der oder die vorgefertigten Stapelanordnungen auf die Keramikfolie gelegt, danach eine weitere Keramikfolie die Stapelanordnung abdeckend aufgelegt wird sowie ein Umschlagen der flächenmäßig überstehenden Hilfsfolie des Hilfsträgers sowie verbindend diese an den offenen Rändern erfolgt und das so erhaltene Paket einer Druckbehandlung zum Anpressen der Keramikfolie an die Stapelanordnung ausgesetzt wird.
4. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Sintertemperaturen im Bereich von im wesentlichen 1000°C bis ≤ 1200°C liegen.
5. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß nach elektrischer Außenkontaktierung eine elektrische Polarisationsspannung zum Erzeugen einer remanenten Polarisierung sowohl zwischen den Elektroden als auch im umhüllungsbedingten dünnen Randbereich durch das Streufeld angelegt wird.
6. Monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktor mit gegenüberliegenden Außenelektroden, welche jeweils in elektrischem Kontakt zu in der Stapelanordnung des Aktors eingebetteten inneren, kammartig strukturierten Elektrodenflächen stehen, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens die außenelektrodenfreien Flächen des Aktors mit einer keramischen Beschichtung umhüllt sind, welche aus einer im wesentlichen gleichen Werkstoffzusammensetzung wie das Keramik-Basismaterial besteht.
7. Monolithischer piezokeramischer Vielschichtaktor nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die inneren Elektrodenflächen bis zur keramischen Beschichtung sich erstreckend ausgeführt sind.

- Leerseite -

Flußdiagramm zur Herstellung von piezokeramischen Vielschichtaktoren





